

# 铁电陶瓷的电畴及畴变观测研究进展<sup>\*</sup>

张 颀<sup>1</sup>,程 璇<sup>2</sup>,张 颖<sup>3</sup>

(1. 厦门大学 化学系,福建 厦门 361005;

2. 厦门大学 化学系,固体表面物理化学国家重点实验室,福建 厦门 361005;

3. 厦门大学 材料科学与工程系,福建 厦门 361005)

**摘 要:** 铁电陶瓷材料,特别是锆钛酸铅(PZT)在众多领域具有广泛的应用前景,影响其推广应用的主要因素是使用过程中外电、力场引起的材料性能的退化。观测铁电电畴及畴变的方法对研究其在外场下性能破坏机理、提高其使用的可靠性和预防其失效具有重要的理论和实际意义。本文比较了不同实验方法和测试技术的优缺点,对铁电陶瓷的电畴观测进行了综述,并简要总结了铁电陶瓷的畴变观测技术研究现状,指出了目前该领域研究中存在的问题。

**关键词:** 铁电陶瓷;铁电畴;畴变;原位观测

**中图分类号:** TB321

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1001-9731(2005)01-0015-04

## 1 引 言

随着锆钛酸铅(PZT)陶瓷材料在众多领域的广泛应用,研究其在外电场、力场作用下性能退化机理对提高 PZT 陶瓷材料使用的可靠性,预防其失效具有十分重要的意义<sup>[1~8]</sup>。铁电陶瓷材料的电畴在外加交变场作用下反复翻转即畴变引起的材料结构变化,是导致材料性能衰变和破坏的原因。因此掌握和了解力电畴变规律是解开铁电材料失效机理的钥匙。本文综述了铁电陶瓷电畴的观测方法并比较了其优缺点,指出了目前可行的畴变观测方法及其存在的缺陷。

## 2 铁电电畴及其观测方法

当温度低于居里温度时材料会产生自发极化,自发极化后铁电材料中会出现许多只有相同自发极化取向的微区,这样的微区被称为“电畴”。相邻的两个电畴的自发极化取向不同。铁电体材料中一般不会只包含一个电畴,而多晶铁电陶瓷材料中往往一个晶粒中也包含多个电畴。目前有多种实验方法可以观测到铁电畴形貌。

### 2.1 偏光显微镜观察方法

该方法利用电畴的双折射性能与其极化取向相关,不同取向的畴可在正交偏振器之间形成反衬而凸显出电畴结构的原理<sup>[9,10]</sup>,在偏振光下即可观察电畴。

此方法可以非常容易地区分两个自发极化方向互

为 90° 的畴,可是很难分辨反平行的畴(180° 畴)。为了区分 180° 畴必须沿垂直于极化方向上施加一个直流电场使其极化轴(*c* 轴)略作倾斜,这时转动晶片可观察到在转到某一位置时某个畴是暗的而与之反平行的是略亮的。

最近发展起来了一种液晶技术:用一薄层丝状(向列)液晶覆盖在铁电晶体表面上,该表面与自发极化方向垂直,由于晶体的畴的极性影响,液晶分子会形成一个与畴结构相应的重新取向的花样,在上下各安置一透明电极并加电场,通过偏光显微镜即可实时观察电畴结构的变化<sup>[11]</sup>。Hatano 等采用液晶法观测了铁电晶体 NaNO<sub>2</sub> 内的电畴运动过程<sup>[12]</sup>。此方法的主要优点是更容易实时观测畴在电场作用下的运动。

由于偏光显微镜方法利用的是铁电晶体的双折射性质,所以在偏光显微镜观察过程中需要不停地转动晶体,显然这种方法无法实现精确定点,也就无法实现对疲劳过程中铁电陶瓷材料的畴变进行现场观测。

### 2.2 电子显微镜观察方法

电子显微术是目前观测电畴的主要方法,其优点在于分辨率高,可直接观察电畴和畴壁的显微结构<sup>[13,14]</sup>。既可对样品表面预先进行化学腐蚀,用扫描电镜(SEM)进行观测,也可将样品制成薄片后采用透射电镜(TEM)观测以及复膜式电子显微镜观测。

#### 2.2.1 电畴的 SEM 观测

SEM 主要用于观察表面形貌,为了观测电畴需借用腐蚀技术。由于不同极性的畴被腐蚀的程度不一样,利用腐蚀剂可在铁电体表面形成凹凸不平的区域从而可在显微镜中进行观察。

室温下四方相 PZT 铁电体自发极化方向平行于 *c* 轴,根据 *c* 轴与观察表面的取相关系可将铁电畴区分为 a 畴和 c 畴。a 畴的 *c* 轴平行于观察表面;c 畴的 *c* 轴垂直于观察表面。不同取向铁电畴的腐蚀速率不同,表面电荷富集的畴的腐蚀速率最快。如下图 1(a)所示,极化向量垂直向上的铁电 c 畴(*c*<sup>+</sup>)蚀刻最深,呈暗色;极化向量垂直向下的铁 c 电畴(*c*<sup>-</sup>)蚀刻最浅,呈亮色;极化向量与观察表面平行的 a 畴的蚀刻深度介于前两者之间,呈灰色。

<sup>\*</sup> 基金项目:国家自然科学基金资助项目(20073036)

收稿日期:2004-02-13

通讯作者:张 颖

作者简介:张 颀 (1973-),女,安徽安庆人,在读博士,1997 年于福州大学获工学硕士学位,现在厦门大学化学系无机材料化学专业,师承张颖教授,从事 PZT 铁电陶瓷畴变研究。

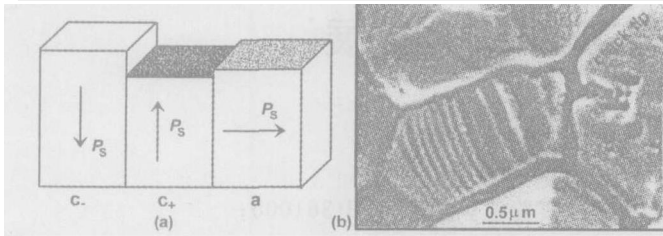


图1 (a) 不同取向铁电畴的腐蚀速率不同  
(b) PLZT材料裂尖90°铁电畴的SEM图像<sup>[15]</sup>

Fig 1 (a) Variation in corrosion rate for ferroelectric domains in different orientation

(b) SEM image for 90° ferroelectric domain at crack tip

因此,可以利用样品表面预先进行化学腐蚀后,利用SEM图像中的黑白衬度来判断不同取向的铁电畴结构。对不同的铁电晶体选择合适的腐蚀剂种类、浓度、腐蚀时间和温度都能显示良好的畴图样。Fang<sup>[15]</sup>等利用SEM观察PLZT铁电陶瓷维氏压痕裂纹附近电场下出现的铁电畴结构,图1(b)中裂尖90°铁电畴的形貌清晰可见。此方法的缺点是:它是一种破坏性方法,而且腐蚀过程较慢<sup>[16]</sup>。

### 2.2.2 电畴的TEM观测

也可将样品制成薄片后采用透射电镜(TEM)技术观测,已有许多学者用TEM研究了BaTiO<sub>3</sub>、PbZrO<sub>3</sub>、Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub>和La改性PbTiO<sub>3</sub>等材料的90°和180°铁电畴结构。吕忆龙等人用TEM方法研究了Mn和Sm改性的PbTiO<sub>3</sub>材料90°电畴的结晶学特性<sup>[17]</sup>,观察到的电畴主要为90°畴,有许多相互平行的条形晶体,条形晶体之间的界面称为畴界,当转动样品台时两片晶体界面区形貌相应发生变化,界面较宽时界面区出现条纹,而在某特定方向界面区最窄,如图2所示。该方法的不足之处是在样品制备方面需付出较大努力。

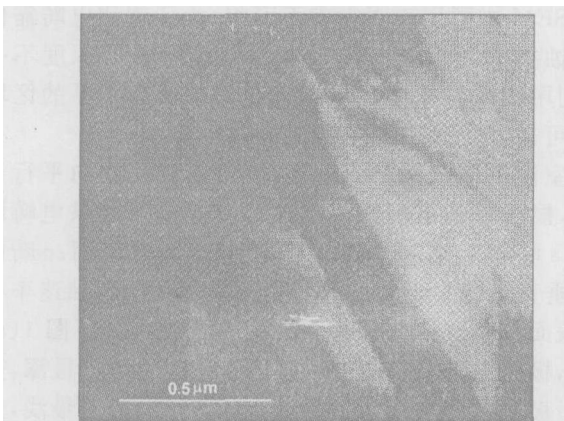


图2 Mn和Sm改性的PbTiO<sub>3</sub>材料TEM照片<sup>[17]</sup>

Fig 2 TEM image of PbTiO<sub>3</sub> with composition modified by Mn and Sm<sup>[17]</sup>

### 2.2.3 电畴的AMF观测

利用原子力显微镜(AFM)技术通过微探针与测试样品之间的作用力可获取材料表面的电畴信息。这

种观测方法优点是放大倍数高,分辨率可达原子量级。探测范围从100μm~10nm,可以给出材料表面结构的定量信息和立体图像,是目前表面分析的权威手段之一。图3为KTiOAsO<sub>4</sub>晶体铁电畴的原子力显微镜照片,可以清晰看出晶体表面局部的铁电畴分布情况<sup>[18]</sup>。

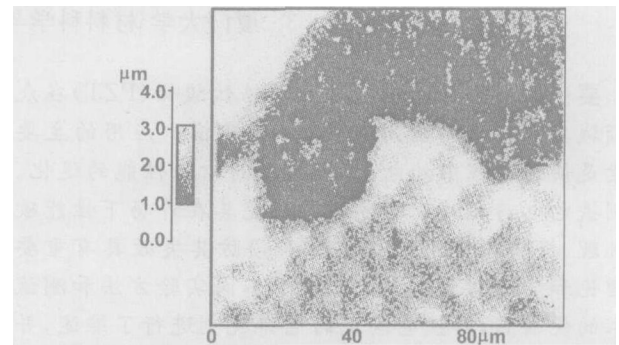


图3 KTiOAsO<sub>4</sub>晶体铁电畴的AFM照片<sup>[18]</sup>

Fig 3 AFM image of ferroelectric domains in KTiOAsO<sub>4</sub> crystal<sup>[18]</sup>

### 2.3 反射式显微镜观测方法

主要利用粉末花样技术在绝缘液体中将有颜色的带电颗粒的胶态悬浮体置于铁电体表面,由于这些颗粒倾向于沉积在铁电体某极性端面,粉末的分布将显示出电畴图样<sup>[19]</sup>。例如碳粒子在液体中带正电便沉积到负电畴上,然后用反射式显微镜观察。然而该方法却不能适用于任何场合,例如在电疲劳过程中样品须镀电极并始终施加交变电场,这势必影响到碳粒子移动显然不可能利用此方法对样品疲劳过程中电畴变化进行观测。

### 2.4 X射线形貌术

它研究电畴是基于不同的电畴在形貌图上形成衬度,为使衬度增大要利用反常色散,即选择X射线的波长使之接近于晶体中某种原子的吸收边,如果电畴结构较复杂最好利用同步辐射X射线源。

对于PZT铁电陶瓷材料,XRD所得的(002)峰强( $I_{(002)}$ )反映了垂直于试样表面的电畴的多少,(200)峰强( $I_{(200)}$ )反映了平行于试样表面的电畴的多少,假设材料所有的(002)晶面都垂直于试样表面,所有的(200)晶面都平行于试样表面,则 $I_{(002)}/I_{(200)}$ 值则反映了极化方向垂直和平行于试样表面的电畴的比例。

此方法可以利用X射线衍射峰 $I_{(002)}$ 与 $I_{(200)}$ 来区分c畴与a畴,但不足之处是按照Friedel定理,无法区分极化方向相反的电畴(c畴与c\*畴,a畴与a\*畴),即无法判断反铁电畴。

### 2.5 拉曼光谱技术

应用拉曼光谱中软模理论研究铁电晶体的晶格振动已有很多报道。因为铁电相变与布里渊区中心处波矢 $q=0$ 的光学横模声子的软化有关,在软模冻结后部分原子发生位移并伴随铁电相序参量自发极化的出现,因此拉曼光谱是研究铁电相变规律及铁电性质的

一种重要手段<sup>[20]</sup>。

Burns<sup>[21,22]</sup> 研究组和 Fontana<sup>[23]</sup> 等人利用偏振拉曼和背散射等技术研究了  $\text{PbTiO}_3$  单晶和陶瓷的拉曼光谱并确定了各谱带对应的光学模声子,图 4(a) 和 (b) 分别为室温下  $\text{PbTiO}_3$  单晶和未极化的 PZT 的拉曼光谱图,参照标准的拉曼光谱<sup>[21]</sup>,对各模进行了标定。从图中可以看出, $\text{PbTiO}_3$  的各模峰都很尖锐,强度较高,而 PZT 陶瓷各峰强度都明显减弱。这是因为 PZT 陶瓷相对  $\text{PbTiO}_3$  单晶而言,随着 Zr 含量增加 Ti 量会减少,晶体的  $c/a$  比值逐渐减少造成其四方度减小所致。

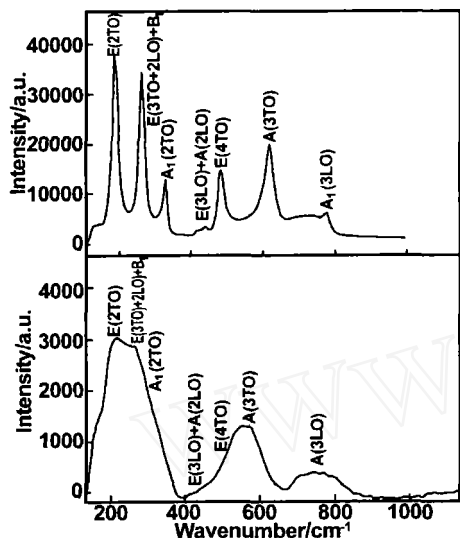


图 4  $\text{PbTiO}_3$  单晶和未极化的 PZT 样品拉曼光谱图  
Fig 4 Raman spectroscopy of  $\text{PbTiO}_3$  single crystal and PZT before polarization

此外,还有二次谐波发生法和热点法等其它方法各种方法的适用范围和有效性与被观测材料的种类、形貌和电畴类型。

### 3 PZT 铁电体的畴变及观测方法

#### 3.1 畴变的定义、导致后果及引致因素

铁电体的自发极化方向可以在电场和力场的作用下发生翻转,电畴的翻转称为“畴变”。对于多晶铁电陶瓷材料,电畴的非 180° 翻转会造成内应力和微裂纹的存在。一些研究者认为内应力是由于电畴发生非 180° 转动造成的,因为电畴的非 180° 转动必然伴随着晶胞沿初始极化方向收缩,沿新极化方向伸长,从而发生畴变应变,由于各晶粒间不能协调变形导致在晶体内部形成局部应力集中诱发微裂纹。晶间微裂纹、畴变可能是陶瓷材料在机械疲劳和电疲劳过程中性能衰减和破坏的原因。

畴变引致因素可以是电场、力场或者力电耦合作用场。电场引致畴变如图 5(a) 所示,当铁电体的外界电场强度超过矫顽场强时,就有可能驱使中心离子迁移至其它 5 个偏心的四方方位上,从而使极化方向指向最靠近外加电场的方向。应力场引致畴变如图 5(b)

所示。当沿极化向量方向施加足够大的压应力时,中心离子会迁移至相差 90° 的偏心四方方位上,发生 90° 畴变;当垂直于极化向量方向施加足够大的拉应力时,中心离子迁移至拉力方向位置上,也发生 90° 畴变。当电场与应力共同驱动电畴翻转时,其畴变准则满足畴变释放功与畴变能垒相平衡的畴变条件<sup>[24]</sup>,为  $\int_{ij} P_i E_j - \int_{ij} P_i \sigma_j - 2P_s E_c$ 。其中判据的左端为畴变释放功,判据的右端为畴变需克服的能垒。

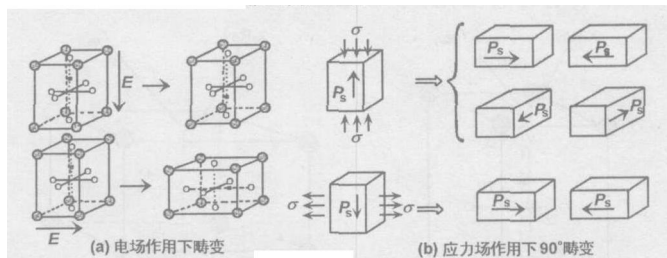


图 5 (a) 电场作用下畴变示意图<sup>[8]</sup>  
(b) 应力场作用下 90° 畴变示意图<sup>[8]</sup>

Fig 5 (a) Schematic diagram for domain switching under applied electric field<sup>[8]</sup>

(b) Schematic diagram for 90° domain switching under applied stress field<sup>[8]</sup>

#### 3.2 畴变观测方法

力电畴变的观测和研究是解开铁电材料失效机理的钥匙。上述畴变观测方法中,有些方法可以观察畴变揭示铁电材料在外电场、应力场下的电畴形貌及其演化。

##### 3.2.1 观测畴变的 SEM 方法

Fang<sup>[15]</sup> 等对极化前后 PZT 陶瓷试样用 SEM 观察电畴结构。这种实验方法的确通过铁电畴形貌的 SEM 照片的对比显示了极化中的畴演化过程。但是在 SEM 对比中,都是利用 SEM 图像中的黑白衬度来判断不同取向的铁电畴结构。样品经过化学腐蚀的破坏过程,初始试样表面的腐蚀图像虽然保留下来,但并不能反映疲劳实验前后相同区域电畴的变化情况。如何保证对试样观测的原位性和消除腐蚀的破坏性从而达到畴变前后观测结果的精确的可比性仍是尚待解决的问题。

##### 3.2.2 观测畴变的 TEM 方法

Tan<sup>[25]</sup> 等人将样品制成 15μm 薄膜样品,再在中央用氩离子激光制一小孔。样品加上交流电场,采用 TEM 现场观测圆孔周围电畴的变化情况。显然,TEM 方法所使用的样品其制备过程过于复杂,样品的形状特征也不具备一般性,类似于薄膜样品。此外,利用此方法不能定量分析样品中 90° 畴变百分数以及畴变应变。

##### 3.2.3 检测畴变的 XRD 方法

X 射线衍射法可用于测得铁电陶瓷中出现的 90° 畴变<sup>[26~28]</sup>。考虑图 6 所示的两个四方相晶胞及其相应 X 射线衍射峰的示意图。如前所述,令极化方向沿

[001] 方向的区域为  $c$  畴, 当该方向垂直试样表面, (002) 晶面平行于试样表面, 其相应的 X 射线衍射峰为  $I_{(002)}$  峰。同理, 令极化方向沿 [100] 方向区域为  $a$  畴, 当该方向平行于试样表面时, (200) 晶面平行于样品的表面, 其相应的 X 射线衍射峰为  $I_{(200)}$  峰。理论上,  $I_{(002)}$  和  $I_{(200)}$  的峰值反映了样品中  $c$  畴和  $a$  畴的多少。因此, 可以根据衍射峰  $I_{(002)}$  和  $I_{(200)}$  的变化来确定试样中电畴的变化。

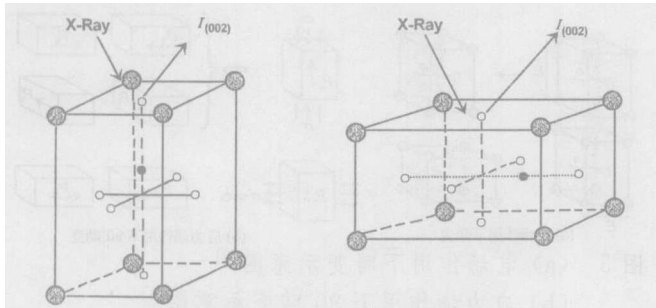


图 6 电畴及其衍射峰的示意图

Fig 6 Schematic diagram for domain and its diffraction peaks

采用原位 XRD 方法对疲劳过程中的电畴变化进行现场观测将能促进对电畴及畴变应变在材料疲劳过程中的变化情况的了解<sup>[29]</sup>, 但这方面的工作报道还很少。XRD 是一种目前可行的现场观测铁电畴变的技术。但是因为 XRD 观测的区域较大, 为  $10\text{mm} \times 1\text{mm}$ , 从而获取的是该区域铁电畴的平均分布规律, 无法定点观察到微区的电畴变化情况, 这是本文作者认为 XRD 技术观测畴变的不足之处; 此外, 以上 XRD 观测畴变中以假设材料所有的 (002) 晶面都垂直于试样表面和所有的 (200) 晶面都平行于试样表面为前提的, 如何二维性的采集不完全垂直于试样表面的 (002) 晶面和不完全平行于试样表面的 (200) 晶面在 XRD 中的信息是值得进一步研究的。

### 3.2.4 检测铁电畴变的 RAMAN 方法

如前所述, 利用拉曼光谱是研究铁电相变规律及铁电性质的一种重要手段。理论上拉曼光谱与激光光源的方向、散射光的方向和被测物质与激光光源和散射光的相对空间位置有关; 铁电陶瓷材料中发生了畴变实际上意味着铁电晶粒的空间位置(方向)发生了变化, 即被测物质相对于激光光源和散射光产生了空间位置变化。根据此理论, 就有可能将材料中发生的畴变捕捉到并通过拉曼光谱的变化反映出来。

可见, RAMAN 方法也是一种目前可行的观测铁电畴变的技术。而且, 优越于 XRD 之处是拉曼光斑直径较小, 可以实现定点观测几个微米范围内微区的电畴变化情况。但如何将 RAMAN 光谱中软模理论与铁电畴变之间建立合理的解释还有待于进一步探讨。

## 4 结 语

畴变可能是材料在疲劳过程中性能衰败和破坏的

原因, 由于对铁电材料疲劳研究多在于通过比较材料失效前后性能的变化情况分析失效机理, 缺乏对电畴在疲劳过程中的变化进行现场观测。因此, 研究者们对于铁电陶瓷中电疲劳的起因、畴变与微裂纹之间关系的推测常常彼此矛盾, 至今仍无一个合理的解释。目前, 利用 XRD、SEM、TEM 等进行非现场观测铁电畴已有成功报道, 但缺乏对疲劳过程中畴变的原位实验观测, 不能从根本上阐明该材料的疲劳损伤失效机理。怎样采用原位测试方法对疲劳过程中的电畴变化进行现场观测, 将是今后铁电畴变研究的方向之一。

## 参考文献:

- [1] 许煜寰. 铁电与压电材料 [M]. 北京: 科学出版社, 1978.
- [2] 干福熹. 信息材料 [M]. 天津: 天津大学出版社, 2000.
- [3] 张良莹, 姚熹. 电介质物理 [M]. 西安: 西安交通大学出版社, 1991.
- [4] 徐廷献. 电子陶瓷材料 [M]. 天津: 天津大学出版社, 1992.
- [5] 李翰如. 电介质物理导论 [M]. 成都: 成都科技大学出版社, 1990.
- [6] 邱碧秀. 电子陶瓷材料 [M]. 广州: 徐氏基金会出版, 世界图书出版公司, 1990.
- [7] 李远, 秦自楷, 周志刚. 压电与铁电材料的测量 [M]. 北京: 科学出版社, 1984.
- [8] 杨卫. 力电失效学 [M]. 北京: 清华大学出版社, 2001.
- [9] Merz W J. [J]. Phys Rev, 1954, 95: 690.
- [10] Little E A. [J]. Phys Rev, 1955, 98: 978.
- [11] Furuhashi Y, Toriyama K. [J]. Appl Phys Lett, 1973, 23: 361.
- [12] Hatano J, Lebiha F, Aikawa F. [J]. Ferroelectrics, 1990, 106: 33.
- [13] Hu Y H, Chan H M, Zhang X W, et al. [J]. J Amer Ceram Soc, 1986, 69: 594.
- [14] Mulvihill M L, Uchino K, Li Z, et al. [J]. Phil Mag B, 1996, 74: 25.
- [15] Fang F, Yang W, Zhu T. [J]. J Materials Research, 1999, 14: 2940.
- [16] 钟维烈. 铁电物理学 [M]. 北京: 科学出版社, 1996.
- [17] 吕忆农, 钱同生. [J]. 南京化工大学学报(自然科学版), 1999, 37: 546.
- [18] 胡秀琴, 牟其善, 程传福. [J]. 山东科学, 2003, 32: 476.
- [19] Hatano J, Suda F, Futama H. [J]. Japan J Appl Phys, 1973, 12: 1644.
- [20] 张光演, 蓝国祥, 王玉芳. 晶格振动光谱学 [M]. 北京: 科高等教育出版社, 2001.
- [21] Burns G, Scott B A. [J]. Phys Rev Lett, 1970, 23(3): 167.
- [22] Burns G, Scott B A. [J]. Phys Rev B, 1973, 7(7): 3088.
- [23] Fontana M D, Idrissi H, Kagel G E. [J]. J Phys Condens Matter, 1991, 3: 8695.
- [24] Hwang S C, Lynch C S, McMeeking R M. [J]. Acta Metall Mater, 1995, 43: 2073.

(下转第 22 页)

- [12] Yoshinari M, Oda Y, Inoue T, et al. [J]. *Biomaterials*, 2002, 23:2879-2885.
- [13] Feng Q L, Cui F Z, Wang H, et al. [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2000, 210:735-740.
- [14] Rhee S H, Tanaka J. [J]. *Biomaterials*, 1999, 20:2155-2160.
- [15] Morra M, Cassinelli C, Cascardo G, et al. [J]. *Biomaterials*, 2003, 24:4639-4654.
- [16] 段 可,程俊秋,翁 杰,等. [J]. *功能材料*, 2001, 13(4):468-470.
- [17] Liu Y L, Layrolle P, Bruijn J D, et al. [J]. *Biomedical Materials Research*, 2001, 57:327-335.
- [18] Serro A P V A D, Fernandes A C, Saramago B D J V, et al. [J]. *Biomedical Materials Research*, 2000, 49:345-352.
- [19] Shirkhazadeh M. [J]. *Materials Science: Material in Medicine*, 1998, 9:355-362.
- [20] Campell A A, Fryxell G E, et al. [J]. *Biomedical Materials Research*, 1996, 32(1):111-118.
- [21] Liu Q, Ding J, Mante F K, et al. [J]. *Biomaterials*, 2002, 23:3103-3111.
- [22] Ma C L, Lu H B, Wang R Z, et al. [J]. *Crystal Growth*, 1997, 173:141-149.
- [23] Zhu P X, Yoshitake M, Tetstu Y, et al. [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2003, 86(5):782-790.
- [24] Roveri N, Falini G. [J]. *Materials Science and Engineering*, 2003, 23:441-446.
- [25] Yang B C, Uchida M. [J]. *Biomaterials*, 2004, 25:1003-1010.
- [26] 石建民,吴益华. [J]. *无机材料学报*, 2001, 16(3):515-521.
- [27] 曲海波,宋晨路,程 达,等. [J]. *过程工程学报*, 2002, 2(4):370-374.
- [28] 陈晓明,李世普. [J]. *硅酸盐通报*, 2001, 1:29-33.

## Progress in the research of biomimetic modification on the surface of Ti and Ti alloy

TANG Juan, CUI Zhen-duo, ZHU Sheng-li, SANG Xiao-ming, YANG Xian-jin

(School of Materials Science and Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

**Abstract:** Due to their excellent biocompatibility and good mechanical behavior, pure titanium and its alloys have been widely used in clinic. The biomimetic modification methods of titanium and its alloy were reviewed in this paper. The bioactivity mechanism of biomimetic methods including chemical treatment, nucleation accelerant and self-assembled monolayer was introduced in detail, respectively. The prospect of biomimetic method for Ti and Ti alloy was also presented.

**Key words:** Ti alloy; apatite; biomimetics; biomineralization

(上接第 18 页)

- [25] Tan X L, Xu Z K, Shang J K. [J]. *J Mater Sci Eng A*, 2001, 314:157.
- [26] Li S P, Bhalla A S, Newnham R E, et al. [J]. *J Mat Sci*, 1994, 29:1290.
- [27] Yamada A, Ogawa T, Chuang Y K. [J]. *Jpn J Appl Phys*, 1997, 36:5958.
- [28] Tsurumi T, Kumano Y, Ohashi N, et al. [J]. *Jpn J Appl Phys*, 1997, 36:5970.
- [29] 陈志武. [D]. 厦门:厦门大学博士学位论文, 2003.

## Recent progress on observations of domain and domain switchings in ferroelectric ceramics

ZHANG Sa<sup>1</sup>, CHENG Xuan<sup>2</sup>, ZHANG Ying<sup>3</sup>

(1. Department of Chemistry, Xiamen University, Xiamen 361005, China;

2. Department of Chemistry, State Key Lab. for Physical Chemistry of Solid Surfaces, Xiamen University, Xiamen 361005, China;

3. Department of Material Science and Engineer, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

**Abstract:** Ferroelectric ceramic materials, especially those PZT ferroelectrics, have found many applications in various fields. However, the degradation of their properties under an alternative electric field coupled with a mechanical load was a major reason that hindered the material to be applied more extensively. In order to prevent failure and enhance reliability of devices made by the material, it was important to find proper methods to observe domain and domain reorientation in a ferroelectric material under an alternative electric field. In this article, a critical review was given on the current research progress regarding the observing techniques of domain by comparing advantages and disadvantages of different experimental methods and technologies that have been employed in the study of ferroelectric materials. Present research status of domain switching observations was also briefly summarized and the problems associated with the observations of domain and domain switching were pointed out.

**Key words:** ferroelectric ceramics; domain; domain switching; in-situ observation